

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

MOLYBDENUM PLATE AND ITS PRODUCTION

Patent Number: JP63192850
Publication date: 1988-08-10
Inventor(s): ENDO MOTOMU; others: 01
Applicant(s): TOKYO TUNGSTEN CO LTD
Requested Patent: ☐ JP63192850
Application Number: JP19870023563 19870205
Priority Number(s):
IPC Classification: C22F1/18
EC Classification:
Equivalents: JP2038659B

Abstract

PURPOSE:To improve workability and high-temp. deformation resistance by subjecting an MO ingot contg. a specific ratio of La or La oxide to a treatment at a specific working rate and temp. and recrystallizing the same to a certain direction.

CONSTITUTION:The Mo ingot contg. 0.1-2wt.% La or La oxide is prepared. Said ingot is worked at $\geq 80\%$ total working rate for the thickness. The worked ingot is then heated at the temp. where it recrystallizes and is enlarged. The elongated and recrystallized crystal particles a certain direction are thus brought into existence in the ingot.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑩ 日本国特許庁(J P)

⑪ 特許出願公告

⑫ 特 許 公 報 (B 2)

平2-38659

⑬ Int. Cl. ⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭公告 平成2年(1990)8月31日

C 22 F 1/18
C 22 C 27/04

1 0 2

C 8015-4K
7371-4K

発明の数 2 (全6頁)

⑮発明の名称 モリブデン板とその製造方法

⑯特 願 昭62-23563

⑰公 開 昭63-192850

⑱出 願 昭62(1987)2月5日

⑲昭63(1988)8月10日

⑳発 明 者 遠 藤 求 富山県富山市岩瀬古志町2番地 東京タングステン株式会社富山工場内

㉑発 明 者 武 部 克 嗣 富山県富山市岩瀬古志町2番地 東京タングステン株式会社富山工場内

㉒出 願 人 東京タングステン株式会社 東京都千代田区鍛冶町2丁目6番1号

㉓代 理 人 弁理士 芦 田 坦 外2名

審 査 官 長 者 義 久

㉔参 考 文 献 特開 昭59-177345 (J P, A) 特開 昭59-150071 (J P, A)
特開 昭59-150073 (J P, A)

1

2

㉕特許請求の範囲

1 重量比で、0.1～1.0%未満のランタン又はランタン酸化物と、残部がモリブデンとからなり、実質的一定方向に伸長して再結晶化しているインターロッキング構造を呈する結晶粒子を有することを特徴とする加工性及び耐高温変形性に優れたモリブデン板。

2 0.1～1.0重量%未満のランタン又はランタン酸化物と、残部がモリブデンとから組成されたインゴットを準備する準備工程と、該インゴットの厚みに対して80%以上の総加工率で加工する加工工程と、該加工物が少なくとも再結晶化する温度で加熱する粗大化処理工程とを有することを特徴とする加工性及び耐高温変形性に優れたモリブデン板の製造方法。

3 特許請求の範囲第2項記載のモリブデン板の製造方法において、前記加工工程は、熱間鍛造加工と圧延加工から選択された少なくとも一種以上の加工工程であることを特徴とする加工性及び耐高温変形性に優れたモリブデン板の製造方法。

発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、一般構造材、高温炉用、核燃料焼結ボート、核融合炉用材料、電子管材料等に使用されるモリブデン板とその製造方法に関する。

〔従来の技術〕

一般に、粉末冶金法で製造されるモリブデン板は、純モリブデンによつて製造され、このモリブデン板の再結晶開始温度は約1000℃である。

よつて、斯るモリブデンからなるモリブデン板は、1000℃以上の高温で使用されると、モリブデンは再結晶粒子の成長によつて、板材の脆化が生じ、また、高温状態の荷重負荷に対し容易に変形してしまうという問題があつた。

そこで、上述の欠点を補うモリブデン材料として、従来は、アルミニウム、カリウム、ケイ素等を含むドーブモリブデン材料が用いられていた。

〔発明が解決しようとする問題点〕

しかしながら、従来のドーブモリブデン材料はその製造過程において、高い加工率を必要とし、しかも、加工性も悪いという製造上の欠点があつた。

そこで、本発明の目的は、上記欠点に鑑み加工

5

10

15

20

性及び歩留りに優れ、高温状態の荷重負荷に対しても、変形量の少ない耐高温変形性に優れたモリブデン板とその製造方法を提供することである。

【問題点を解決するための手段】

本発明によれば、重量比で、0.1～1.0%未満のランタン又はランタン酸化物と、残部がモリブデンとからなり、実質的に一定方向に伸長して再結晶化しているインターロッキング構造を呈する結晶粒子を有することを特徴とする加工性及び耐高温変形性に優れたモリブデン板が得られる。

さらに、本発明によれば、0.1～1.0重量%未満のランタン又はランタン酸化物と、残部がモリブデンとから組成されたインゴットを準備する準備工程と、該インゴットの厚みに対して80%以上の総加工率で加工する加工工程と、該加工物が少なくとも再結晶化する温度で加熱する粗大化処理工程とを有することを特徴とする加工性及び耐高温変形性に優れたモリブデン板の製造方法が得られる。

【発明の概要】

本発明によれば、まず、モリブデン板を製造する場合の出発原料となるインゴットは、例えば、0.1～1.0重量%未満のランタン又はランタン酸化物をドーブしたドーブモリブデン粉末に、水素還元を施し、プレス、焼結して得られたものである。

ここで、ランタンの添加量を1.0%未満としたのは、1.0%以上になると、ドーブ剤の粒が多く発生し、インゴットの結晶粒径が異常に大きくなったり、そうでなかったりとバラツキが大きくなる。又、異常に大きくなった場合、圧延、鍛造等の加工時にモチをつぶした様に、粒単位の膨れとなつて加工方向と直角方向にはみだし、粒と粒との間（粒界）で大きな亀裂を生じる。又、添加量が多いため、加工時の割れが多発し、加工途中での割れ除去切断の為の工数が非常に多く必要となる。これは、作業性の大幅な低下であり、又、歩留りの大幅な低下となるので好ましくない。また、0.1%以上としたのは、0.1%未満では、著しい加工性及び耐高温変形性が認められないからである。

このとき、従来の20～50 μ m程度の微細な粒径を有する純モリブデンのみからなるインゴットに比べ、本発明に係るインゴットは、ランタンのド

ープによる活性化作用により、ドーブ剤を含む微小ドーブ孔を有し、且つ、結晶粒子の平均粒径が、0.5～10 μ mの粗大粒となつている。

次に、この微小ドーブ孔を有し、且つ、粗大化した結晶粒子を有するインゴットを、その厚さ方向に80%以上の総加工率で熱間鍛造及び圧延加工のどちらか一方又はその組合せた加工を施す。

よつて、第3図に示すとおり、板厚方向と垂直方向、即ち、圧延方向にドーブ剤が配列し、同時に、粗大化した結晶粒子は細長い維持状の粒子となる。

比較例として、第4図に示すとおり、ドーブ剤を添加しない従来の純モリブデン板に加工度95%で圧延仕上げを施した場合では、結晶粒子は、不規則な繊維状構造を呈している。

次に、第1図に示すとおり、この繊維状粒子からなるモリブデン板に、さらに、再結晶温度以上で熱処理による粗大化処理を施し、結晶粒子を再結晶させ、内部歪を解放する。

このとき、第2図に示すとおり、圧延方向に沿つて配列したドーブ剤によつて、板厚方向への粒成長は抑制されることから、板厚方向には粗大化せず、圧延方向に沿つて伸長したinterlocking構造を呈する。

したがつて、高温下においても、等軸の微細結晶とはならないから、変形量の非常に少ない、高品質のモリブデン板が得られる。

尚、比較例として、第5図に示すとおり、ドーブ剤を添加しない従来の純モリブデン板に加工度95%で圧延仕上げを施した後、1800℃で10時間加熱して粗大化処理を施した結晶粒子は、等軸の粒状を呈してしまい、使用に耐え得るものではなく、加工性及び耐高温変形性の向上は認められない。

【実施例】

本発明の実施例について図面を参照して説明する。

まず、準備工程において、0.1～2.0重量%のランタンをドーブしたドーブモリブデン粉末に、水素還元を施し、プレス、焼結して形成されたインゴットを準備した。

次に、加工工程において、インゴットに加工率をそれぞれ変えて熱間鍛造及び圧延加工を施し、さらに、粗大化処理工程において、再結晶温度以

上の温度で加熱し粗大化処理を施した。

このようにして得られたモリブデン板について、変形試験をおこなった。即ち、モリブデン板上に約1.5kgの荷重を載せて、水素雰囲気中の電気炉内で、1800℃、10時間加熱した後、冷却して、モリブデン板の反りの量をダイヤルゲージにて、測定した。

その変性試験の結果を表1及び表2に示す。ここで表中の熱間鍛造率とは、 $t_0 - t / t_0 \times 100$ (%) で表され、 t_0 はインゴットの板厚、 t は熱間鍛造加工後のモリブデン板の厚さである。総加工率とは、 $t_0 - T / t_0 \times 100$ (%) で表され、 T は熱間鍛造加工後に圧延加工をさらに施した後のモリブデン板の厚さである。

その結果、表1に示されるとおり、ランタンを0.1～1.0%未満含有させた本発明に係わるモリブデン板は、変形量が極めて少ないことが認められる。

表 1

ランタン重量 %	熱間鍛造 加工率 %	総加工 率 %	変形量mm	
			実施例	比較例
0.1	67	90	2	4
0.1	—	90	2	5
0.5	67	90	1	2
0.5	—	90	1	3
1.0	67	90	1	2
1.0	—	90	1	2
2.0	67	90	1.5	3
2.0	—	90	1.5	4
0.5	50	85	1	3
0.5	83	95	1	2
0.5	92	98	0.5	1

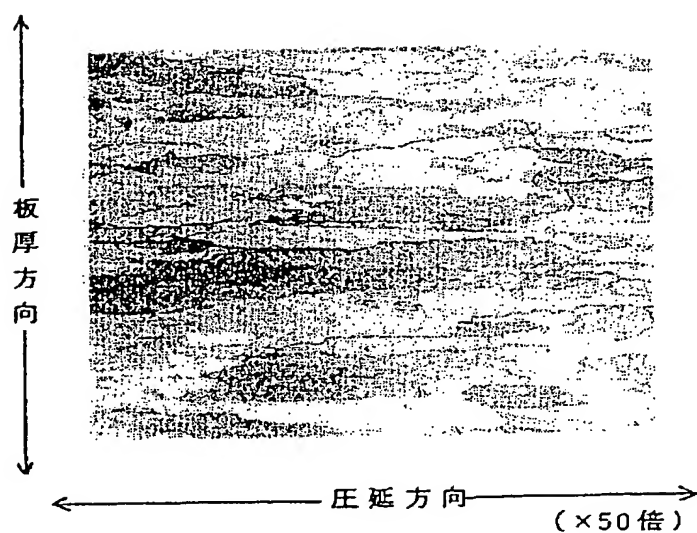
[発明の効果]

以上の説明のとおり、本発明によれば、0.1～1.0%未満のランタンのドーブにより予め粗大化させた結晶粒子を有するインゴットを、その厚さ方向に80%以上の加工率で熱間鍛造又は圧延加工を施して、ドーブ剤を板厚と垂直方向に配列させた後、再結晶温度以上に加熱して粗大化処理を施すことにより、実際の使用中の高温状態においても、板厚方向への粒成長が抑制され、圧延方向に伸長した再結晶粒子からなるモリブデン板が得られるから、加工性及び歩留りに優れ、高温状態の荷重負荷に対しても、変形量の少ない使用性の優れたモリブデン板とその製造方法を提供することができる。

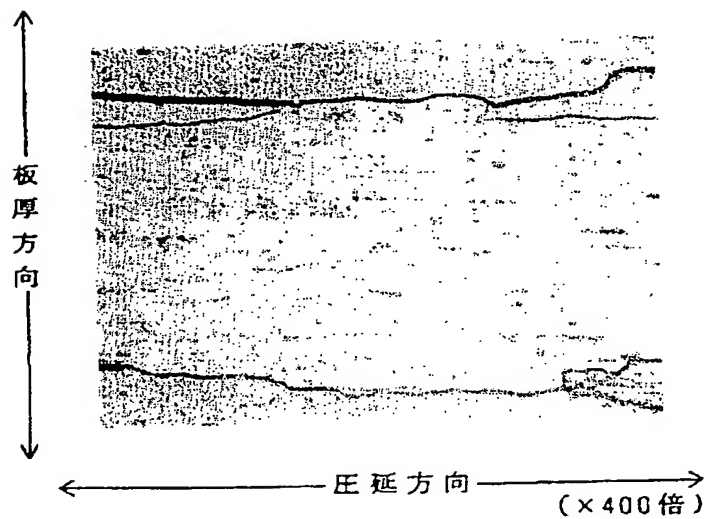
図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施例に係る総加工率95%の加工処理後、粗大化処理を施したinter locking構造を呈するモリブデン粒子の縦断を表わす写真(×50倍)、第2図は第1図と同様に、本発明の実施例に係る総加工率95%の加工処理後、粗大化処理を施したモリブデン板のドーブ剤の配列方向を示す縦断を表わす写真(×400倍)、第3図は本発明の実施例に係る総加工率95%で加工処理を施した繊維状モリブデン粒子の縦断を表わす写真(×50倍)、第4図は従来方法による総加工率95%で加工処理を施したモリブデン粒子の縦断を表わす写真、第5図は従来方法による総加工率95%の加工処理後、粗大化処理を施したモリブデン粒子の縦断を表わす写真である。

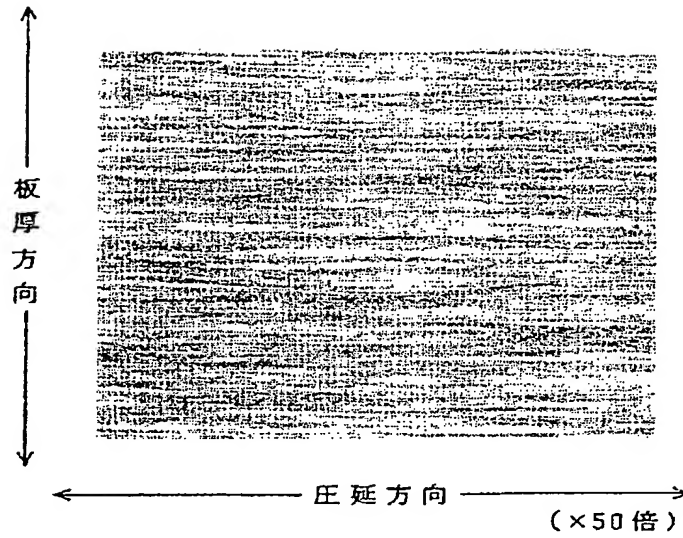
第1図



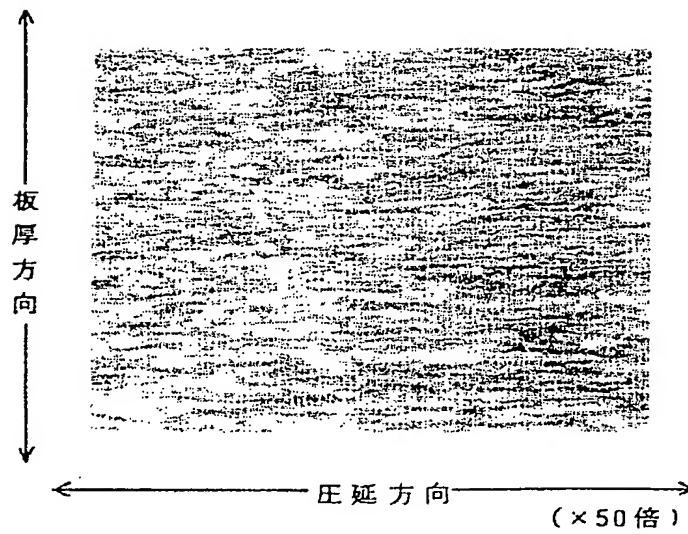
第2図



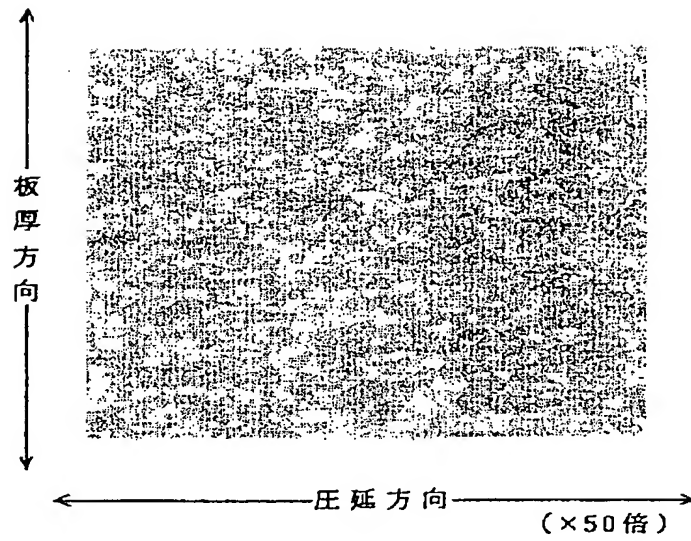
第3图



第4图



第 5 図



【公報種別】特許法（平成6年法律第116号による改正前。）第64条及び第17条の3第1項の規定による補正

【部門区分】第3部門第4区分

【発行日】平成9年（1997）11月5日

【公告番号】特公平2-38659

【公告日】平成2年（1990）8月31日

【年通号数】特許公報2-967

【出願番号】特願昭62-23563

【特許番号】2119752

【国際特許分類第6版】

C22F 1/18 C 8719-4K

C22C 27/04 102 9269-4K

【手続補正書】

1 「特許請求の範囲」の項を「1 重量比で、0.1～1.0%未満のランタン又はランタン酸化物と、残部がモリブデンとからなり、実質的一定方向に伸長して再結晶化しているインターロッキング構造を呈する結晶粒子を有することを特徴とする加工性及び耐高温変形性に優れたモリブデン板。」

2 0.1～1.0重量%未満のランタン又はランタン酸化物と、残部がモリブデンとから組成され、0.5～1.0mmの平均粒径を有するインゴットを準備する準備工程と、該インゴットの厚みに対して80%以上の総加工率で加工する加工工程と、該加工物が少なくとも再結晶化する温度で加熱する粗大化処理工程とを有することを特徴とする加工性及び耐高温変形性に優れたモリブデン板の製造方法。

3 特許請求の範囲第2項記載のモリブデン板の製造方法において、前記加工工程は、熱間鍛造加工と圧延加工から選択された少なくとも一種以上の加工工程であることを特徴とする加工性及び耐高温変形性に優れたモリブデン板の製造方法。」と補正する。

2 第4欄23行「圧延方向に沿って伸長した」を「圧延方向に沿って伸長し、互いに入り込んだ」と補正する。

3 第4欄38～39行「まず、準備工程において……ドープモリブデン粉末に、」を「まず、準備工程におい

て、0.1～1.0重量%のランタンをドープしたドープモリブデン粉末及びランタンを2.0%ドープしたモリブデン粉末に、」と補正する。

4 第5欄7行「測定した。」の次に「その変形試験の結果を表1に示す。表1において、ランタン重量%は、ランタンのドープ量であり、実際のインゴット中に含有されるランタン量は若干減少する。」を加入する。

5 第5欄8行「その変性試験……表2に示す。」を削除する。

6 第5欄14行「厚さである。」の次に「尚、表-1には、再結晶温度以上で熱処理を施さないものも比較例として挙げており、各比較例における変形量も併せて示している。」を加入する。

7 第5欄17～18行「認められる。」の次に「表-1には、ランタンを2.0重量%添加した例が示されており、変形量の点で改善が見られる。しかしながら、本発明者等の実験によれば、ランタンの添加量が1.0重量%以上になると圧延加工の際に割れが発生し、加工性の面で問題が生じ、実用に供し得ないことが判明した。上記した加工性の問題は、ランタンのドープ量が1重量%を越えると顕著になるため、ランタンの含有量は、0.1～1.0%未満の範囲が望ましい。」を加入する。

8 第3頁「表-1」を「

表-1

ランタン ドープ量 重量%	熱間鍛造 加工率 %	総加工 率 %	変形量mm	
			実施例	比較例
0.1	67	90	2	4
0.1	-	90	2	5
0.5	67	90	1	2
0.5	-	90	1	3
1.0	67	90	1	2
1.0	-	90	1	2
2.0	67	90	1.5	3
2.0	-	90	1.5	4
0.5	50	85	1	3
0.5	83	95	1	2
0.5	92	98	0.5	1

」と補正する。